

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian kajian sifat adsorpsi zeolit dari abu dasar batubara terhadap larutan lignin dan metilen biru ini berlangsung selama 5 bulan terhitung sejak tanggal 18 Januari 2017 hingga 18 Juni 2017 di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis menggunakan instrumen FTIR dan pengujian hasil adsorpsi menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, analisis XRD dilakukan di Puslitbang tekMIRA, analisis XRF dan SEM dilakukan di Pusat Survei Geologi, serta analisis pengujian BET dilakukan di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI).

3.2. Instrumen Penelitian

3.2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya alat-alat gelas, botol plastik HDPE 200 mL, set alat pompa vakum, neraca analitik, oven, pH meter, set alat *shaker*, *hotplate*, termometer dan *stopwatch*. Sedangkan untuk karakterisasi digunakan instrumen FTIR-8400 Shimadzu, XRD Rigaku Miniflex 600, XRF Thermo Scientific Arl 9900, Shimadzu UV Mini 1200, SEM Jeol JSM-6360LA, dan *Surface Area Analyzer* Quanrachrome Nova 4200e.

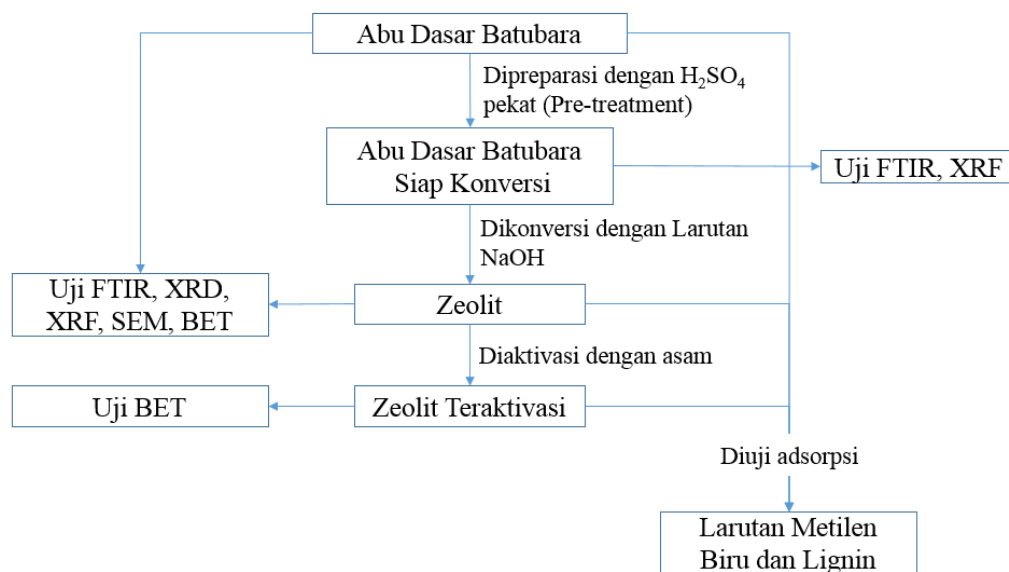
3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya bahan untuk sintesis zeolit adalah abu dasar batubara dari PT. Indofood, H₂SO₄ pekat, aquades, NaOH p.a, etanol, kertas saring, HCl 37% (*merck*), dan indikator universal. Sedangkan pada proses adsorpsi digunakan lignin dan metilen biru.

3.3. Tahapan Penelitian

Dalam penelitian ini dilakukan empat tahap, diantaranya tahap preparasi abu dasar batubara menggunakan asam sulfat (H₂SO₄) pekat menjadi abu dasar

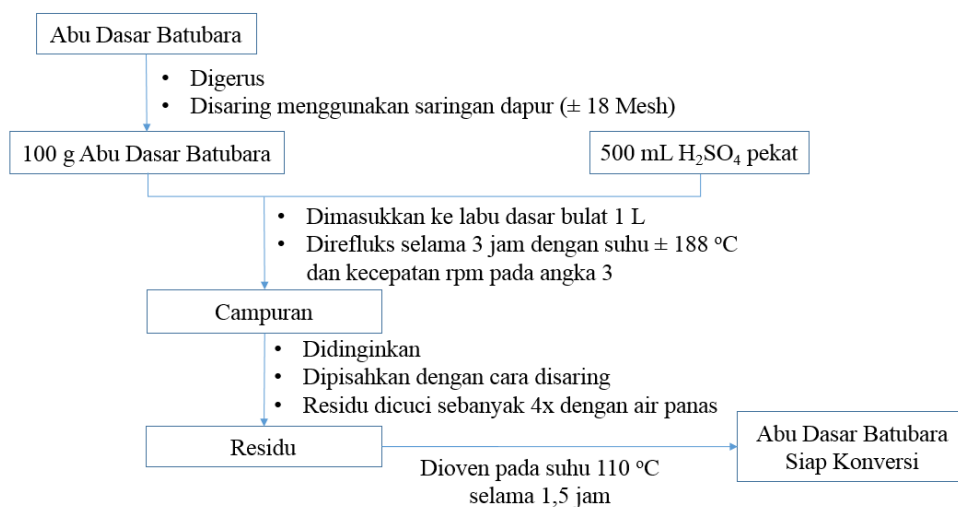
batubara siap konversi sebagai *pre-treatment*, tahap konversi abu dasar batubara menjadi zeolit menggunakan larutan NaOH, tahap aktivasi zeolit menggunakan larutan asam klorida (HCl), dan tahap terakhir uji adsorpsi zeolit dan abu dasar batubara terhadap larutan lignin dan metilen biru. Karakterisasi untuk mengetahui sifat fisika dan kimia dari zeolit dan abu dasar batubara dilakukan dengan menggunakan instrumen XRF, FTIR, XRD, SEM dan uji BET, sedangkan untuk uji adsorpsi digunakan Spektrofotometer UV-Vis. Secara umum tahapan penelitian ini dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3. 1. Tahapan penelitian secara umum.

3.4. Prosedur Penelitian

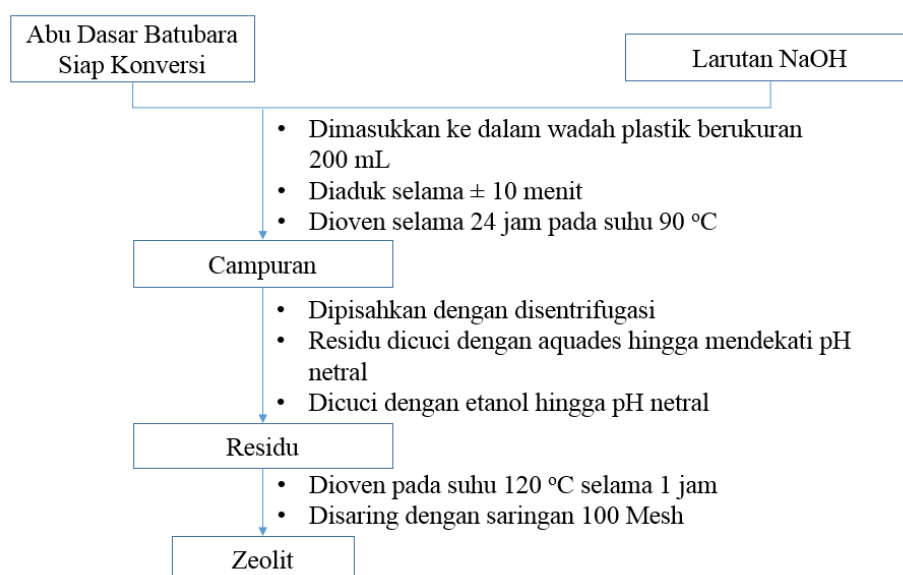
3.4.1. Preparasi Abu dasar batubara Dengan H₂SO₄ Pekat (*Pre-treatment*)



Gambar 3.2. Prosedur preparasi abu dasar batubara menggunakan H_2SO_4 pekat.

Tahap preparasi abu dasar batubara dengan H_2SO_4 pekat (*pre-treatment*) (lihat **Gambar 3.2.**) diawali dengan penggerusan abu dasar batubara menggunakan lumpang dan alu, kemudian disaring menggunakan saringan dapur yang berukuran ± 18 Mesh agar ukurannya seragam. Selanjutnya, sebanyak 100 g abu dasar batubara yang telah disaring dicampurkan dengan 500 mL H_2SO_4 pekat (perbandingan 1:5) dalam labu dasar bulat 1 L. Campuran direfluks dalam penangas minyak dengan suhu ± 188 °C selama 3 jam dan kecepatan pada angka 3. Kemudian, campuran didinginkan selama semalam sebelum disaring, penyaringan dilakukan dengan kertas saring. Selanjutnya, residu hasil penyaringan dicuci menggunakan aquades panas sebanyak 4x atau setara dengan 1 L. Terakhir, residu dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 °C selama 1,5 jam sehingga dihasilkan abu dasar batubara yang siap dikonversi menjadi zeolit.

3.4.2. Tahap Konversi Abu dasar batubara Menjadi Zeolit dengan Larutan NaOH

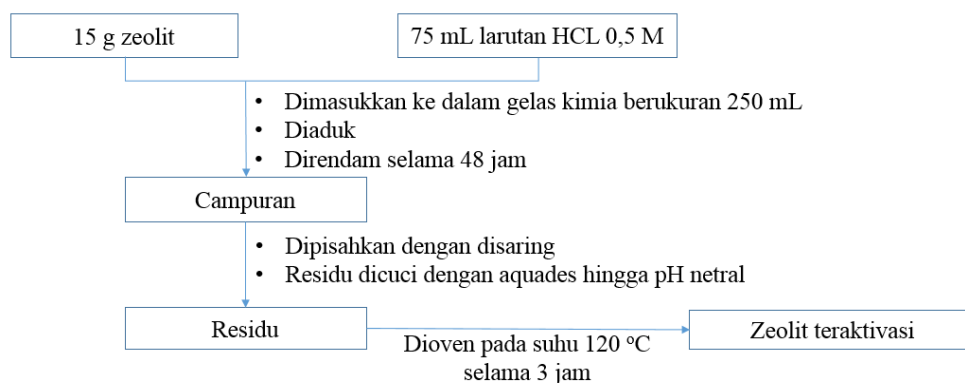


Gambar 3.3. Prosedur konversi abu dasar batubara menjadi zeolit

Pada tahap ini (lihat **Gambar 3.3.**) abu dasar batubara dicampurkan larutan NaOH dalam wadah plastik 200 mL. Kemudian campuran diaduk selama ± 10 menit dan dioven pada suhu 90 °C selama 24 jam. Campuran hasil pengovenan dipisahkan dengan sentrifugasi selama 10 menit. Residu hasil pemisahan dicuci menggunakan aquades hingga mendekati pH netral dan dicuci

dengan etanol hingga pH netral. Terakhir, residu dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 1 jam dan disaring menggunakan saringan 100 mesh agar ukurannya seragam.

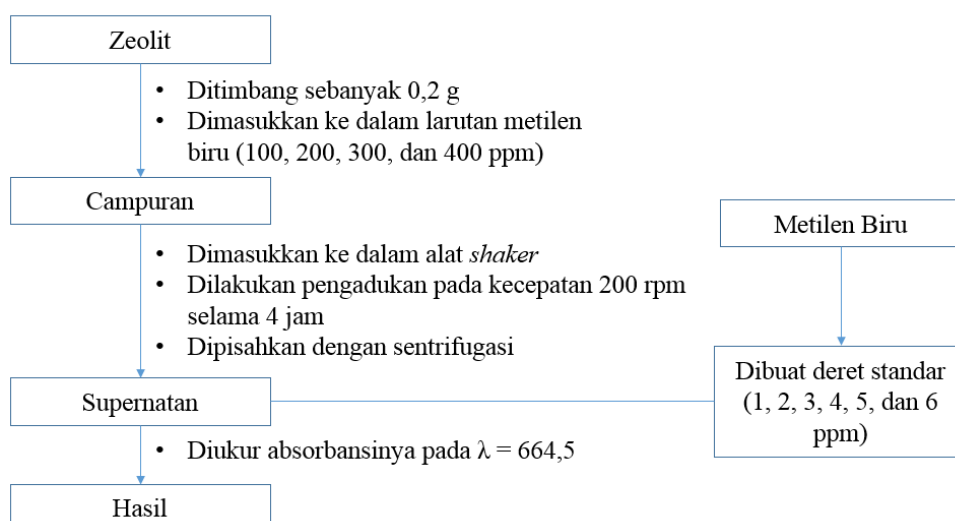
3.4.3. Tahap Aktivasi Zeolit Menggunakan Larutan Asam Klorida



Gambar 3.4. Prosedur Aktivasi Zeolit Menggunakan Larutan Asam

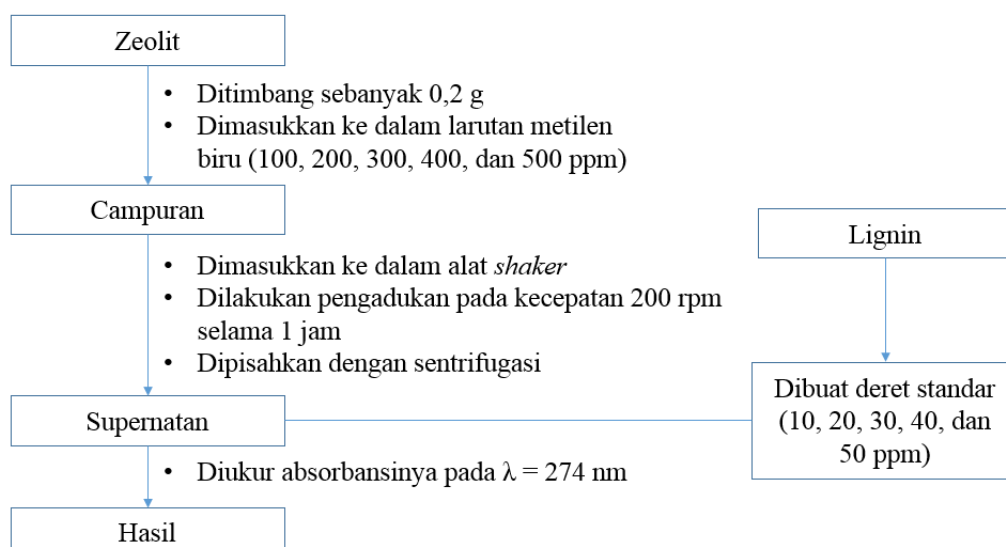
Tahap aktivasi zeolit (lihat **Gambar 3.4.**) ini diawali dengan mencampurkan 15 g zeolit hasil konversi dengan 75 mL larutan HCl 0,5 M (perbandingan 1:5) dalam gelas kimia 250 mL dan kemudian diaduk. Selanjutnya, zeolit direndam dalam HCl 0,5 M selama 48 jam. Campuran lalu disaring dengan kertas saring, kemudian residu dicuci menggunakan aquades hingga pH netral. Terakhir, residu dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 3 jam dan disaring menggunakan saringan 100 Mesh agar ukuran zeolit hasil aktivasi seragam (Ola *et al.*, 3013).

3.4.4. Uji Adsorpsi Terhadap Metilen Biru dan Lignin



Gambar 3.5. Prosedur uji adsorpsi terhadap metilen biru

Sebelum dilakukan uji adsorpsi, optimasi waktu kontak dilakukan terlebih dahulu terhadap metilen biru sebagai adsorbat untuk mengetahui waktu kontak optimum. Optimasi dilakukan pada variasi waktu 0, 10, 20, 30, 60, 90, 120, 180, 240, dan 300 menit dengan waktu kontak optimum diperoleh yakni 240 menit atau 4 jam (hasil terlampir pada lampiran). Selanjutnya, uji kinerja zeolit baik yang belum dan telah diaktivasi serta abu dasar batubara sebagai adsorben dilakukan terhadap larutan metilen biru yang divariasikan konsentrasi awalnya. Zeolit ditimbang sebanyak 0,2 g, kemudian dimasukkan ke dalam larutan metilen biru dengan konsentrasi 100, 200, 300, dan 400 ppm. Pengujian dilakukan dengan metode *batch* pada *shaker* berkecepatan 200 rpm selama 240 menit (4 jam), lalu dipisahkan dengan sentrifugasi selama 10 untuk diambil supernatannya. Pengukuran menggunakan instrumen spektrofotometer Uv-Vis dilakukan pada larutan metilen biru sebelum dan sesudah adsorpsi di panjang gelombang 664,5 nm (hasil optimasi panjang gelombang) dengan metode kurva kalibrasi standar (kurva terlampir).



Gambar 3. 6. Prosedur uji adsorpsi terhadap lignin

Optimasi waktu yang dilakukan pada larutan lignin divariasikan 0, 10, 20, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit dengan waktu kontak optimum diperoleh yakni 60 menit atau 1 jam (hasil terlampir pada lampiran). Zeolit ditimbang sebanyak 0,2 g, kemudian dimasukkan ke dalam larutan metilen biru dengan konsentrasi 100, 200, 300, 400 dan 500 ppm. Pengujian dilakukan dengan metode *batch* pada

shaker berkecepatan 200 rpm selama 60 menit (1 jam), lalu sama halnya seperti pengujian pada larutan metilen biru dipisahkan dengan sentrifugasi selama 10 untuk diambil supernatannya. Pengukuran menggunakan instrumen spektrofotometer Uv-Vis dilakukan pada larutan metilen biru sebelum dan sesudah adsorpsi di panjang gelombang 274 nm (hasil optimasi panjang gelombang) dengan metode kurva kalibrasi standar (kurva terlampir). Prosedur uji kinerja ini juga dilakukan pada zeolit belum teraktivasi dan abu dasar batubara.

Untuk mengetahui kapasitas adsorpsi adsorben, maka hasil pengukuran diestimasi pada **Persamaan 3.1.** :

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{m} \quad \text{(Persamaan 3.1.)}$$

Dimana q_e adalah kapasitas adsorpsi adsorben (mg/g), V adalah volume adsorbat (L), C_o adalah konsentrasi awal (mg/L), C_e adalah konsentrasi akhir (mg/L), dan m adalah massa adsorben (g). Sedangkan untuk mengetahui sifat dan parameter adsorpsi digunakan model isoterm Langmuir dan Freundlich dari data hasil. Adapun persamaan linier adsorpsi isoterm Langmuir ditunjukkan oleh **Persamaan 3.2.**

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{bq_m} + \frac{1}{q_m} C_e \quad \text{(Persamaan 3.2.)}$$

Sedangkan untuk persamaan isoterm Freundlich ditunjukkan oleh **Persamaan 3.3.**

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \quad \text{(Persamaan 3.3.)}$$

Dimana q_e (mg/g) adalah kapasitas adsorpsi pada saat kesetimbangan, C_e (mg/L) adalah konsentrasi kesetimbangan, b (L/mg) adalah konstanta Langmuir isoterm, dan q_m (mg/g) adalah kapasitas adsorpsi yang diperoleh dari intercept dan slop pada plot antara C_e/q_e vs C_e serta parameter K_F [(mg/g)(L/mg)^{1/n} dan n adalah konstanta Freundlich yang dipelorehdengan memplot $\log q_e$ vs $\log C_e$. (Rasool, Ali, Hosseini, Chuah, & Choong, 2014)

3.5. Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1. Analisis Fourier Transform *Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Dalam tahap preparasi menggunakan instrumentasi FTIR sampel abu dasar batubara dan zeolit ditambahkan KBr dengan perbandingan yang sama,

kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu. Selanjutnya, sampel yang telah homogen dicetak berbentuk pelet yang nantinya siap dianalisis. Analisis menggunakan FTIR ini dilakukan untuk mengetahui gugus apa saja yang dimiliki oleh sampel.

3.5.2. Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Preparasi sampel yang dilakukan dalam analisis XRD diawali dengan menghaluskan sampel hingga berukuran ± 200 Mesh, selanjutnya sampel yang telah halus ditempatkan pada sampel holder secara merata dan sampel siap untuk dianalisis. Hasil yang diperoleh dari instrumen XRD berupa difraktogram dengan absis menyatakan sudut difraksi 2θ dan ordinat merupakan intensitas sinar X yang dipantulkan. Puncak-puncak dari difraktogram sampel kemudian akan dicocokkan dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS).

3.5.3. Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Preparasi awal yang dilakukan untuk analisis XRF adalah menghaluskan sampel hingga berukuran ± 200 Mesh. Sampel halus kemudian ditambahkan binder dan dimasukkan ke dalam penggerus berupa ball mill untuk digerus selama 40 detik. Selanjutnya, sampel hasil penggerusan dicetak dengan cara dimasukkan ke dalam ring stainless steel dan dipress sehingga didapatkan sampel berbentuk pelet yang siap diuji. Hasil yang diperoleh dari instrumentasi XRF ini berupa komposisi dari senyawa yang ada dalam sampel abu dasar batubara dan zeolit.

3.5.4. Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Dalam preparasi analisis menggunakan instrumentasi SEM sampel ditempatkan pada tempat sampel yang telah dilekatkan carbon tape, sedangkan sisa sampel yang tidak melekat pada carbon tape dibersihkan. Kemudian dimasukkan ke dalam sampel holder SEM. Sebelum proses analisis berlangsung, penghilangan molekul udara di dalam alat dilakukan dengan menutup gas dan klik pump pada komputer. Hal ini dilakukan karena analisis menggunakan instrumen SEM harus dalam keadaan vakum. Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk dari abu dasar batubara dan zeolit.

3.5.5. Analisis Surface Area BET

Analisis *surface area* BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan, volume pori serta ukuran pori yang dimiliki oleh sampel. Dalam preparasinya

sampel yang sudah halus dimasukkan ke dalam tabung sampel, kemudian ditutup dengan matel pemanas dan dihubungkan dengan *port degassing*. *Degassing* dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui kondisi vakum. Sampel selanjutnya ditimbang dan siap dianalisis. Proses analisa dilakukan dengan mengisi kontainer pendingin dengan gas cair N₂ sebagai adsorbennya.

3.5.6. Analisis Spektrofotometer Uv-Vis

Analisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis dilakukan untuk mengetahui konsentrasi dari sampel melalui absorbansi yang terukur oleh alat. Preparasi yang dilakukan, yaitu sampel dan blanko masing-masing dimasukkan ke dalam kuvet. Selanjutnya, kuvet berisi blanko dimasukkan ke dalam alat dan absorbansi dinolkan kemudian sampel baru dimasukkan untuk diukur absorbansinya.